

AT

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 62-230628

(43)Date of publication of application : 09.10.1987

(51)Int.Cl.

C03B 8/02
C01B 33/152
C03C 11/00

(21)Application number : 61-073255

(71)Applicant : SEIKO EPSON CORP

(22)Date of filing : 31.03.1986

(72)Inventor : KATO EIJI
YAMADA KUNIHARU

(54) PRODUCTION OF POROUS GLASS

(57)Abstract:

PURPOSE: To produce a porous glass having a thickness of several cm and containing pores having diameter of several tens \AA , by mixing a sol produced by the complete hydrolysis of a metal alkoxide with a sol produced by the partial hydrolysis, adding fine silica powder to the mixture and gelling, drying and calcining the mixture.

CONSTITUTION: A metal alkoxide such as silicon ethoxide is added with a prescribed amount of hydrochloric acid to effect the complete hydrolysis and the obtained solution is converted to a sol 1. Separately, silicon ethoxide is added with a small amount of hydrochloric acid to effect partial hydrolysis and the obtained solution is converted to a sol 2. The sol 1 is mixed to the sol 2 and stirred. Fine silica powder is added and dispersed in the mixture and the pH of the mixture is controlled e.g. by the addition of ammonia water. the obtained sol solution is charged in a vessel, closed and left standing to obtain a gel. The vessel is bored with holes accounting for several % W ten odd % of the surface area of the vessel and the content is dried e.g. for 10 days to obtain a dry gel. The dry gel is put into an electric furnace and calcined e.g. at $600\text{--}800^{\circ}\text{C}$. A porous glass having a thickness of as thick as several cm and containing pores with several tens \AA in diameter can be produced in remarkably improved yield by this process.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-230628

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和62年(1987)10月9日

C 03 B 8/02
C 01 B 33/152
C 03 C 11/00

7344-4G
6526-4G
6674-4G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 多孔質ガラスの製造方法

⑯ 特 願 昭61-73255

⑰ 出 願 昭61(1986)3月31日

⑱ 発 明 者 加 藤 栄 司 諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

⑲ 発 明 者 山 田 邦 晴 諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

⑳ 出 願 人 セイコーエプソン株式 東京都新宿区西新宿2丁目4番1号
会社

㉑ 代 理 人 弁理士 最 上 務 外1名

明 細 書

1. 発明の名称 多孔質ガラスの製造方法

2. 特許請求の範囲

金属アルコキシドを原料とするゾルーゲル法による多孔質ガラスの製造法において、完全に加水分解を行なつたゾルと、部分加水分解を行なつたゾルを混合し、そのゾル溶液中に微粉末シリカを添加し充分分散させた後、ゲル化、乾燥、焼成の工程を有することを特徴とする多孔質ガラスの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は多孔質ガラスの製造方法に関する。

〔従来技術〕

従来の多孔質ガラスの製造方法を以下に示す。

コーニンググラスワークス社の特許(U . S .
Pat. 2,215,039, 2,221,709)に示されてい

るように、硼酸、アルカリ金属酸化物、珪砂等を主原料として熔融した硼珪酸ガラスを、数百度の温度で熱処理して、珪砂質に富んだガラス相と、硼酸とアルカリ金属に富んだガラス相とに分相させる。

次にこのガラスを、酸処理又は熱水処理を行なうことにより、硼酸、アルカリ金属酸化物に富んだ相を溶出させ、珪酸成分に富んだ多孔質ガラスを得るという製造方法。

〔発明が解決しようとする問題点及び目的〕

しかし、前述の従来技術は、酸溶液又は熱水で硼酸とアルカリ金属に富んだガラス相を溶出することにより細孔を形成するため、数センチメートルに及ぶ厚さのガラスについては均一な細孔を有するガラスを得ることは困難であり、また数十オングストロームの細孔については、細孔表面にシリカのゲルが残留し安価な細孔を形成するのが困難であるという問題点を有する。そこで本発明はこのような問題点を解決するもので、その目的とするところは厚さが数センチメートルであり数十

オングストロームの安定な細孔を有する多孔質ガラスの製造方法を提供するところにある。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明の多孔質ガラスの製造方法は、金属アルコキシドを原料とするゾルーゲル法において、完全に加水分解を行なつたゾルと、部分加水分解を行なつたゾルを混合し、そのゾル溶液中に微粉末シリカを添加し充分分散させた後、ゲル化、乾燥、焼成の工程を有することを特徴とする。

〔実施例〕

以下に実施例を詳細に述べる。

実施例 1

シリコンエトキシド 1000 ml に対し、0.01 規定の塩酸を 400 ml の割合で加え、激しく攪拌して加水分解し、この溶液をゾル 1 とする。シリコンエトキシド 1000 ml に対し、0.01 規定の塩酸を 80 ml の割合で加え、激しく攪拌して部分加水分解し、この溶液をゾル 2 とする。ゾル 1 とゾル 2 を 1 : 1 から 1 : 4 の割合で混合し攪拌する。

表 1

比率 \ 温度	600℃	700℃	800℃
1 : 1	30 Å	26 Å	18 Å
1 : 1.5	35 Å	30 Å	21 Å
1 : 2	44 Å	37 Å	20 Å
1 : 2.5	50 Å	40 Å	25 Å
1 : 3	63 Å	44 Å	32 Å
1 : 3.5	70 Å	58 Å	40 Å
1 : 4	101 Å	78 Å	55 Å

実施例 2

シリコンブトキシド 1000 ml に対し、0.01 規定の塩酸を 400 ml の割合で加え、激しく攪拌して加水分解し、この溶液をゾル 1 とする。シリコンブトキシド 1000 ml に対し、0.01 規定の塩酸を 100 ml の割合で加え、激しく攪拌して部分加水分解し、この溶液をゾル 2 とする。ゾル 1 とゾル 2 を 1 : 1 から 1 : 4 の割合で混合し攪拌する。

このゾル中にシリカ微粉末（日本アエロジル社、

このゾル中にシリカ微粉末（日本アエロジル社、アエロジル 0×50）を 400 倍添加し分散するまで充分に攪拌する。その後 0.1 規定のアンモニア水で 5.5～6.5 に PH を調整する。このゾル溶液をポリプロピレン製容器（φ100×h50mm）に高さが 2～3 cm になるように入込む。この容器を密閉し 20～30℃ で放置しゲル化させる。その後容器に数多～十数多の穴を開け、40～60℃ で 10 日間乾燥させドライゲルを得る。次にドライゲルを電気炉に入れ、600～800℃ で焼成し多孔質ガラスを得る。得られた多孔質ガラスの平均細孔径を表 1 に示す。

アエロジル 0×50）を 400 倍添加し分散するまで充分に攪拌した後、0.1 規定のアンモニア水で 5.5～6.5 に PH 調整する。以下実施例 1 と同様に仕込み、乾燥、焼成を行ない多孔質ガラスを得る。得られた多孔質ガラスの平均細孔径を表 2 に示す。

表 2

比率 \ 温度	600℃	700℃	800℃
1 : 1	31 Å	19 Å	12 Å
1 : 1.5	37 Å	28 Å	25 Å
1 : 2	44 Å	33 Å	30 Å
1 : 2.5	56 Å	48 Å	35 Å
1 : 3	62 Å	58 Å	38 Å
1 : 3.5	80 Å	71 Å	50 Å
1 : 4	93 Å	91 Å	58 Å

〔発明の効果〕

以上述べたように本発明によれば、完全に加水分解を行なつたゾルと、部分加水分解を行なつたゾルを混合、攪拌した後、シリカ微粉末を添加し

ゲル化、乾燥、焼成の工程を有することにより、
厚さが数センチメートルであり数十オングストロ
ームの細孔を有する多孔質ガラスを製造すること
ができるという効果を有する。また、従来多孔
質ガラスの製造に比べ歩留りが大幅に向上すると
いう効果も有する。

以 上

代理人 最 上 務
(他1名)

